

УДК 621.384.8

ИЗ ИСТОРИИ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ ЦЗЛ УЭХК

*И.С.Израилевич, В.А.Калашников, Ю.Н.Залесов, А.Ф.Бажин.
Уральский электрохимический комбинат
624130, Новоуральск Свердловской обл., Дзержинского, 2
czl@ueir.ru*

В статье кратко изложена история развития масс-спектрометрии на Уральском электрохимическом комбинате. Перечислены основные направления разработок методик анализа и аппаратуры, которые были выполнены непосредственно в масс-спектрометрической лаборатории комбината, а также на других предприятиях отрасли при участии ее специалистов. Подчеркнута значимость масс-спектрометрических методов анализа при контроле различных технологических процессов на предприятиях ядерно-топливного цикла.

К моменту начала работ по атомному проекту в СССР не существовало масс-спектрометров, пригодных для анализа изотопного состава гексафторида урана. Создание первого такого прибора было поручено группе сотрудников института "Г" (НИИ-5, г.Сухуми) во главе с немецким физиком доктором В. Шютце и советским специалистом Н.А. Шеховцовым (в этом институте вместе с интернированными немецкими учеными работали советские специалисты). Разработка этого прибора была закончена в 1948 г. и масс-спектрометр №2, изготовленный в институте "Г", был доставлен в ноябре 1948 г. на комбинат №813 (ныне – УЭХК), где в то время проводились работы по запуску первого диффузионного обогатительного завода. (Масс-спектрометр №1 был доставлен на комбинат №817 – ныне ПО "Маяк").

Уже первые измерения, выполненные на масс-спектрометре №2, показали, что прибор нуждался в существенной доработке, поскольку после измерения всего 5 ÷ 6 проб гексафторида урана сильно возрастала "память" прибора и интенсивность ионных токов становилась настолько нестабильной, что приходилось прекращать измерения и надолго останавливать прибор для чистки ионного источника. В конструкцию прибора по предложению сотрудников ЦЗЛ был внесен ряд изменений, однако, первый серийно выпущенный в 1949 г. прибор МС-1 (НИИ-160) обла-

дал по современным представлениям довольно скромными возможностями. Тем не менее, три прибора МС-1, полученные в ноябре 1949 г. позволили организовать на УЭХК экспресс лабораторию. Для этого два прибора установили в производственных помещениях вблизи технологической цепочки диффузионных машин. От заданных технологических точек были проведены газопроводы так, чтобы можно было выполнять анализы "на протоке" газа и получать результаты обогащения через каждые 20 ÷ 30 мин. С августа 1951 г. все оперативные измерения для технологического контроля проводились в этой экспресс-лаборатории, а пробы товарной продукции и контрольные пробы гексафторида урана (ГФУ) анализировались в основном в масс-спектрометрической лаборатории ЦЗЛ.

Н.А.Шеховцовым, который был переведен на комбинат №813 и назначен начальником масс-спектрометрической лаборатории ЦЗЛ в 1950 г., и другими сотрудниками лаборатории были предложены существенные усовершенствования масс-спектрометра МС-1, которые были учтены в конструкции следующей модели промышленного масс-спектрометра МС-2 (1953 г.).

Позднее в эксплуатацию были приняты разработанные в СКБ аналитического приборостроения (г. Ленинград) совместно со специалистами ЦЗЛ УЭХК более совершенные масс-спектромет-

ры МИ1301 и МИ1305 (прибор МИ1305 позднее выпускался Сумским заводом электронных микроскопов и масс-спектрометров).

В задачи масс-спектрометрической лаборатории ЦЗЛ УЭХК, помимо проведения текущего аналитического контроля, входила, прежде всего, разработка методик масс-спектрометрического анализа изотопного состава урана, а также масс-спектрометрического газового анализа (определение содержания примесей в UF_6). Одновременно разрабатывалась и совершенствовалась масс-спектрометрическая аппаратура для проведения этих анализов, а также разрабатывались специализированные масс-спектрометры для различных технологических задач.

Поскольку серийные масс-спектрометры еще не обладали хорошей разрешающей способностью и стабильностью работы электронных схем, одной из первоочередных задач была разработка масс-спектрометра с высоким разрешением. Поставленная перед специалистами ЦЗЛ УЭХК задача была решена созданием масс-спектрометра высокого разрешения "Гранд", имевшего увеличенный радиус равновесной траектории при нормальном входе ионного пучка в межполюсный зазор. Электронные схемы масс-спектрометра обеспечивали высокую стабильность тока электромагнита и повышенную стабильность напряжений, подаваемых на электроды источника ионов.

Повышенная стабильность тока электромагнита была достигнута за счет применения двухкаскадной стабилизации с использованием электромагнитного усилителя в качестве первого каскада стабилизации, водяного охлаждения радиаторов силовых ключей и прецизионного эталонного резистора, а также за счет применения высокостабильных ртутных батарей в качестве источника опорного напряжения. На то время это были самые совершенные электронные блоки масс-спектрометров в стране.

В результате в масс-спектрометрической лаборатории был создан масс-спектрометр с разрешающей способностью не менее 1000, который был введен в эксплуатацию в 1966 г. и с успехом использовался для аттестации стандартных образцов изотопного состава урана, в том числе исходных высокочистых моноизотопных материалов: урана-238 (99,9999 %) и урана-235 (99,99 %). Благодаря этому, в лаборатории была создана совершенная система стандартных образцов изотопного состава урана.

Технические решения, найденные в процессе разработки масс-спектрометра "Гранд", были по

инициативе масс-спектрометрической лаборатории УЭХК использованы при разработке серийного масс-спектрометра МИ1201 (1969-1971 гг.) Сумским заводом электронных микроскопов и масс-спектрометров, которому к тому времени были переданы разработка и изготовление промышленных масс-спектрометров в стране.

Плодотворные контакты масс-спектрометрической лаборатории ЦЗЛ УЭХК и Сумского завода продолжались вплоть до 1997 г., когда этим заводом по техническому заданию и переданной технической документации, разработанной масс-спектрометрической лабораторией УЭХК, были начаты работы по созданию автоматизированного масс-спектрометра МИ-1201АГМ-02 для определения примесей в гексафториде урана. Распад СССР и разрыв экономических связей не позволили сохранить тесные профессиональные отношения между российскими и украинскими специалистами.

Первая методика масс-спектрометрического определения летучих примесей W, Mo, Sr и других соединений в гексафториде урана была разработана в лаборатории еще в 1958 г.

Для газового анализа содержания примесей в технологических потоках гексафторида урана масс-спектрометрической лабораторией были разработаны передвижные масс-спектрометрические газоанализаторы МАГС (1954 г.) и ПАМС (1963 г.). В 1958 г. для анализа состава газовых смесей в технологических контурах ядерных реакторов с гелиевым охлаждением, а 1959 г. – в контурах ядерных реакторов с водяным охлаждением (для контроля содержания гремучего газа), на базе газоанализатора МАГС в ЦЗЛ были разработаны автоматизированные масс-спектрометрические газоанализаторы с дистанционным управлением для ПО "Маяк". В 1971 г. на базе масс-спектрометрического газоанализатора ПАМС был разработан газоанализатор МАРС, предназначенный для стационарного размещения в "горячей зоне" с обслуживанием через герметичный перчаточный бокс.

С 1955 г. на УЭХК была организована разработка и промышленный выпуск диффузионных фильтров, в связи с чем одной из наиболее важных работ, выполненной в масс-спектрометрической лаборатории УЭХК, была разработка методик и аппаратуры для проведения экспресс-анализа разделительных свойств диффузионных фильтров при их разработке и в промышленном производстве. Использовался оригинальный, не имеющий аналогов в мире метод, основанный на использовании атмосферного воздуха в качестве

модельной смеси: с помощью масс-спектрометра определялось отношение содержания аргона к содержанию азота в обогащенной и обедненной фракциях газовой смеси (1957 г.).

В 1961 г. на специальном участке были установлены четыре изготовленные в ЦЗЛ масс-спектрометрические установки, включающие гидравлические стенды и масс-спектрометры. Впоследствии (в 1984 г.) были разработаны и изготовлены две масс-спектрометрические установки "Урал", производящие анализ разделительных свойств фильтров в автоматическом режиме с выдачей результатов анализов в цифровой форме.

По поручению Министерства Среднего машиностроения СССР масс-спектрометрической лабораторией УЭХК была разработана целая серия масс-спектрометрических специализированных комплексов для контроля процесса получения гексафторида урана путем фторирования тетрафторида или закиси-окиси урана в промышленных пламенных реакторах сублиматного производства. Это масс-спектрометр АМС-1 для Кирово-Чепецкого химического комбината (1962 г.), масс-спектрометры "Сибирь" (1975 г.) для Сибирского химического комбината (г. Северск) и Ангарского электролизнохимического комбината (г. Ангарск), а также химико-металлургического цеха УЭХК (1995 г.). Ход реакции фторирования контролировался путём измерения отношения концентрации фтора к концентрации гексафторида урана. В случае использования в качестве сырья оксидов урана технологический контроль с успехом осуществлялся по измерению отношения концентрации фтора к концентрации кислорода. Этот вид контроля был успешно использован для установки типа "Факел" - малогабаритного пламенного реактора безопасной геометрии, применявшегося для фторирования оксида высокообогащенного оружейного урана (БОУ) в процессе получения низкообогащенного энергетического урана (НОУ) из БОУ.

Во всех этих приборах процесс измерения был

автоматизирован, что позволяло использовать эти масс-спектрометры для автоматического ведения технологического процесса на сублиматных заводах.

При разработке такой масс-спектрометрической аппаратуры использовались следующие технические решения. Поскольку анализировалось ограниченное число компонентов (не более 5), во всех случаях применялись постоянные магниты. Настройка на пики осуществлялась при юстировке приёмников за счет перемещения коллекторов вдоль линии фокусов. На масс-спектрометре "Урал" настройку на пики можно было осуществить путём изменения ускоряющего напряжения. Преимущественно в разрабатываемых приборах применялся вход ионных пучков в межполюсной зазор по нормали. На установках "Сибирь", где не требовалась чёткая дисперсия урановых пиков, регистрация последних осуществлялась на суммирующем коллекторе, что повышало чувствительность приборов к гексафториду урана. Угол отклонения ионного пучка фтора к ионному пучку кислорода составлял 90° . На установках "Сибирь" угол отклонения ионных пучков гексафторида урана был 60° , а радиус отклонения - 308 мм. Радиусы отклонения ионных пучков фтора и кислорода соответственно составляли 104 мм и 95 мм. На установках для газового анализа, где требовалась регистрация широкого диапазона массовых чисел, применялись диспергирующие электромагниты с разверткой спектра при изменении тока электромагнита.

Таким образом, когда в конце 90-х годов по инициативе ВНИИТФА Министерством по атомной энергии РФ было принято решение о переоснащении отрасли современным масс-спектрометрическим оборудованием на базе развертывания производства на российских предприятиях, УЭХК, имеющий огромный опыт по разработке, изготовлению и эксплуатации специализированных масс-спектрометров, оказался наиболее подготовленным к выполнению этой задачи.

* * * * *

HISTORICAL BACKGROUND OF SPECTROMETRY LABORATORY AT UEIP ANALYTICAL CENTER
I.S.Israilevich, V.A.Kalashnikov, Yu.N.Zalesov, A.F.Bazhin

The paper outlines the background and development of Mass Spectrometry at Ural Electrochemical Integrated Plant (UEIP). Basic trends are enumerated concerning new analytical procedures and equipment being successfully developed by MS Laboratory of UEIP, as well as by other enterprises of Minatom with the assistance of UEIP experts. Special emphasis is placed on MS methods for various types of process control within nuclear fuel cycle.
